

лянкин, В.В. Лапин, Н.А. Торопов. – М.: Промстройиздат, 1954. – 372 с. **3.** Электронный справочник: Термические константы веществ - Режим доступа: <http://www.chem.msu.su/cgi-bin/tkvl.pl>. - Заголовок з екрану. **4.** Бабушкин В.И. Термодинамика силикатов / В.И. Бабушкин, Г.М. Матвеев, О.П. Мchedлов-Петросян. – М.: Стройиздат, 1986. – 408 с. **5.** Аналитическая химия кремния. / Л.В. Мышляева, В.В. Краснощеков. – М.: Наука, 1972. – 212 с. **6.** Жидкое и растворимое стекло. / В.И. Корнеев, В.В. Данилов. – СПб.: Стройиздат, 1996. – 216 с.

Поступила в редколлегию 12.04.08

УДК 622.794.25

А.Г. ТРОШИН, В.Ф. МОИСЕЕВ, канд. техн. наук,
Н.Г. ПОНОМАРЕВА, М.И. ВАСИЛЬЕВ, НТУ «ХПИ»

ВЫБОР СПОСОБОВ МЕХАНИЧЕСКОГО РАЗДЕЛЕНИЯ СУСПЕНЗИИ ГИДРООКИСИ ТИТАНА.

В статті наведені результати досліджень щодо вибору засобів механічного розділення гідроокису титану. На підставі критичного аналізу зроблений висновок о доцільності застосування відстійних шинкових центрифуг з безперервним вивантаженням осаду із попередньою фізико-хімічною обробкою .

In a report experimental researches of process of division of suspensions of hydroxide of titan are presented and practical recommendations are formulated on application of this process in processing of titan-of containing offcuts.

Вследствие интенсивной работы промышленности и эксплуатации природных ресурсов в Украине образовалось большое количество отходов, которые находятся в открытых хранилищах и содержат высокодисперсную твердую фазу. В условиях дефицита энергетических и материальных ресурсов, а также с учетом развития технологии возникает возможность и целесообразность переработки отходов с целью получения полезного сырья, рекультивации земель или освобождения места для отходов поточной переработки [1].

Для организации переработки создаются минифабрики, которые имеют определенные особенности по сравнению со стационарными производствами. Главной особенностью является работа оборудования в условиях значительных колебаний количества и качества сырья. При разработке данных технологических объектов требуется максимальное упрощение схемы, высокий уровень автоматизации и надежности работы оборудования.

В Днепропетровской области планируется создать минифабрику, которая будет осуществлять переработку накопителя промышленных отходов с целью извлечения из него гидроксида титана и последующей переработки его в оксид титана. Производимый оксид титана в настоящее время пользуется широким спросом и может использоваться в частности как:

- титансодержащее сырьё для изготовления обмазки сварочных электродов;

- как пигмент при изготовлении красок, пластмассы, бумаги и т.п.

В обоих случаях к оксиду титана предъявляются жесткие требования по чистоте химического состава, а пигментный оксид титана должен, кроме того, иметь высокую степень белизны.

В то же время исходное сырьё (отходы, содержащие гидроокись титана) в силу своего происхождения и условий хранения содержит достаточно большое количество примесей, среди которых наибольшим содержанием характеризуется хлорид натрия (до 20% от массы сухого вещества), а также оксид железа, породные частицы, приносимые в виде пыли, органические примеси.

Технология переработки отходов будет включать в себя стадии отмывки гидроксида титана водой, с целью растворения хлорида натрия, и последующие стадии механического обезвоживания, сушки, и прокаливания осадка (при 1000-1100 °C).

Очевидно, что механическое обезвоживание высокодисперсной взвеси гидроокиси титана, содержащей преимущественно частицы размером менее 5 мкм может проводиться либо с помощью фильтров, либо с помощью центрифуг. Однако литературных сведений о работе оборудования на данном продукте не было обнаружено. Целью настоящей работы является проведение лабораторных исследований суспензий гидроксида титана и на основании их выдача практических рекомендаций о экономически целесообразных способах и режимах её разделения.

Поставлены и решены следующие задачи: исследовать процесс фильтрования на лабораторной вакуум фильтровальной установке и нутч-филт্রে, работающем под давлением, определить константы фильтрования, влажность получаемого осадка, указать рациональные режимы фильтрования и удельную производительность фильтра; провести исследование процесса разделения в лабораторной центрифуге, влажность получаемого осадка и его структурно-механические характеристики, указать необходимое количество воды и кратность репульпации. которые обеспечат требуемую чистоту жидкой фа-

зы фугата. Исследовать возможность физико-химической обработки суспензии с целью улучшения ее разделяемости.

Методика исследования процесса фильтрования получена исходя из классического подхода [2]. Основное уравнение фильтрования:

$$w = \frac{dV}{Fd\tau} = \frac{\Delta p}{\mu \left(\frac{V}{F} r_0 x_0 + R_{\text{ф.п}} \right)}. \quad (1)$$

где r_0 – удельное сопротивление осадка, V – объем фильтрата, м^3 прошедшего через фильтр с поверхностью F , м^2 за время τ , с ; Δp – разность давлений, Па , μ – вязкость жидкой фазы суспензии; $R_{\text{ф.п.}}$ – сопротивление фильтрующей перегородки, м^{-1} ; x_0 – отношение объема осадка к объему фильтрата.

Путем его интегрирования определяют связь между объемом образующегося фильтрата и продолжительностью процесса, учитывая основные характеристики суспензии (μ , x_0) и фильтра (F , $R_{\text{ф.п.}}$), а также условия проведения процесса (Δp).

Так, при $\Delta p = \text{const}$ интегрирование (1) в пределах от 0 до V и от 0 до τ приводит к выражению:

$$V^2 + 2 \frac{R_{\text{ф.п.}} F}{r_0 x_0} V = 2 \frac{\Delta p F^2}{\mu r_0 x_0} \tau. \quad (2)$$

Согласно полученному уравнению при постоянном перепаде давления продолжительность фильтрования пропорциональна квадрату объема получаемого фильтрата.

При $\Delta p = \text{const}$ для фильтра данной конструкции и данной фильтровальной перегородки единичной площади все входящие в уравнение величины, кроме V и τ , постоянны, поэтому его можно представить в виде:

$$V^2 + 2VC = K\tau, \quad (3)$$

где $C = R_{\text{ф.п}} / (R_{\text{ф.п}} x_0)$ – константа фильтрования, характеризующая гидравлическое сопротивление фильтрующей перегородки, $\text{м}^3/\text{м}^2$, а $K = 2\Delta p / (\mu r_0 x_0)$ – константа фильтрования, учитывающая режим процесса фильтрования и физические свойства осадка и жидкости, $\text{м}^2/\text{с}$.

Константы фильтрования можно получить следующим образом. Проведем дифференцирование уравнения (3):

$$\frac{d\tau}{dV} = \frac{2}{K} \cdot V + \frac{2C}{K}. \quad (4)$$

В координатах $d\tau/dV$ – V либо $\Delta\tau/\Delta V$ – V уравнение (4) представляет собой прямую линию с тангенсом угла наклона, равным $\text{tg}\alpha = 2/K$.

Второе слагаемое в (4) представляет собой отрезок, отсекаемый от оси ординат: $A = 2C / K$. Зная константы фильтрования можно определить удельное сопротивление осадка и в дальнейшем провести расчет промышленного фильтра.

Исследование фильтрования суспензии на лабораторном вакуум-фильтре. Основным узлом лабораторного вакуум-фильтра является сосуд с перфорированным днищем диаметром 0,095 м, на котором натянута фильтровальная ткань, с помощью вакуум насоса под фильтровальной перегородкой создается разрежение – движущая сила процесса.

Исходная суспензия была приготовлена из расчета 4,5 кг воды на 1 кг исходного материала влажностью 65 % ($x_0 = 0,186$).

Для определения констант фильтрования в соответствующих осях были нанесены экспериментальные точки (рис. 1) – один из полученных графиков. В области около 0 полученная функция, в отличие от теоретических основ, не линейна. Сопротивление фильтровальной перегородки пренебрежимо по сравнению с сопротивлением осадка и на начальном этапе процесса идет активное забивание ее пор. Поэтому экспериментальную зависимость мы разбили на два участка, которые можно в отдельности аппроксимировать прямыми линиями. Первый участок позволяет ориентировочно определить сопротивление фильтровальной перегородки ($7,8 \cdot 10^{10} \text{ м}^{-1}$), а второй – удель-

ное сопротивление осадка $1,05 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Хотя видно, что удельное сопротивление со временем несколько возрастает и на втором участке.

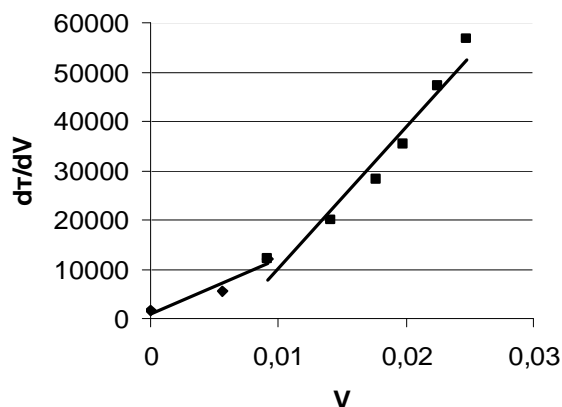


Рис. 1. Данные эксперимента

Исследование работы нутч-фильтра, работающего под давлением. Основным узлом лабораторной установки является сосуд с перфорированным днищем диаметром 0,113 м, на котором расположена фильтровальная ткань. Сосуд герметично закрывается сверху крышкой, имеющей штуцер для подвода воздуха. С помощью воздушного насоса над фильтровальной перегородкой создается повышенное давление – движущая сила процесса.

Исходная суспензия была приготовлена из расчета 12 кг воды на 1 кг исходного материала влажностью 65 % ($x_0 = 0,078$).

Экспериментальная зависимость (рис. 2) также имеет характерный нелинейный характер, но по правой части кривой, близкой к линейной можно было оценить константу фильтрования «К» и, соответственно удельное сопротивление осадка ($4,9 \cdot 10^{15}$).

Анализ результатов исследования фильтрования. Экспериментальные исследования показали, что принципиально фильтрование может использоваться для разделения суспензии гидроокиси титана. В различных опытах была получена толщина слоя осадка в пределах от 2 до 5 мм за время фильтрования 9 – 16 мин; при этом удельная производительность по фильтрату составляла 0,0168 – 0,0179 м³/м²/ч, по влажному осадку 13,4 – 43 кг/м²/ч, влажность осадка составляла 66,7 – 73,9 %. Суспензии были приготовлены путем добавления 4,5 – 13 кг воды на кг исходного материала и содержали 16 – 74 г/л твердой фазы.

Осадок держит форму, при перегибе фильтрующей ткани отстает от неё

(даже осадок толщиной 2 мм).

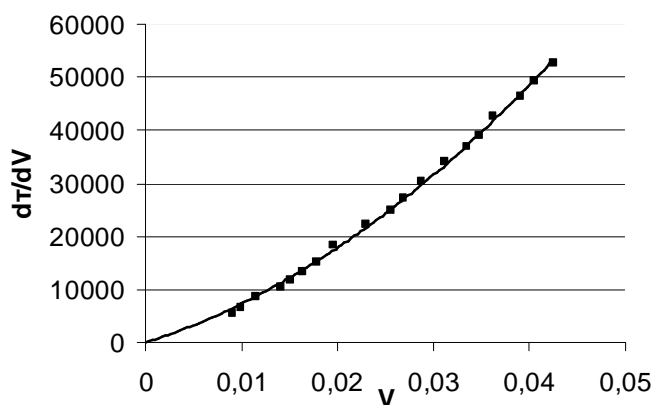


Рис. 2. Полученная экспериментальная зависимость

Удельное сопротивление практически линейно зависит от разности давлений (рис. 3), т.е. осадок является сжимаемым.

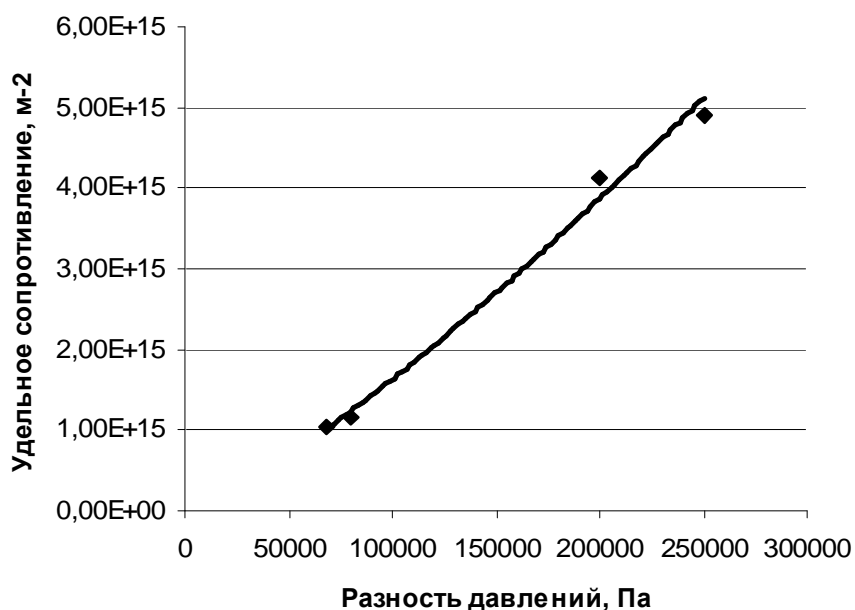


Рис. 3. Зависимость удельного сопротивления от разности давлений

Данный рисунок наглядно показывает, что нет необходимости развивать большие давления, чтобы обеспечивать фильтрование.

Таким образом, для разделения суспензии гидроокиси титана наиболее рационально использовать вакуум-фильтр.

Исходя из достигнутых удельных показателей и проектной производительности фабрики, ориентировочно было определено, что необходима установка двух барабанных вакуум-фильтров площадью фильтрования 30 м² ка-

ждый, что, по-видимому, не укладывается в концепцию разработки и создания мини-фабрики. Поэтому дальнейшие исследования были направлены на изучение применимости процесса центрифугирования для разделения суспензии гидроокиси титана.

Исследование процесса центрифугирования. Предварительные испытания центрифуги типа ОГШ при обезвоживании гидроокиси титана, показали, что имеется возможность получения практически чистого (прозрачного фугата) на небольшой производительности, однако получить устойчивое разделение суспензии в непрерывном режиме не удалось. Причиной этого является не малая скорость осаждения, а неблагоприятные структурно-механические характеристики получаемого осадка, осложняющие его выгрузку. Поэтому были проведены опыты по изучению уплотнения осадка в поле центробежных сил.

Изучение процесса уплотнения проводилось на более концентрированной суспензии: количество воды 1,2 кг/кг исходного материала (65 % влажности). Содержание обезвоженного оксида титана в суспензии составляло 190 г/л. Изучалось влияние интенсивности центробежного поля на объем получаемого осадка и его влажность (рис. 4).

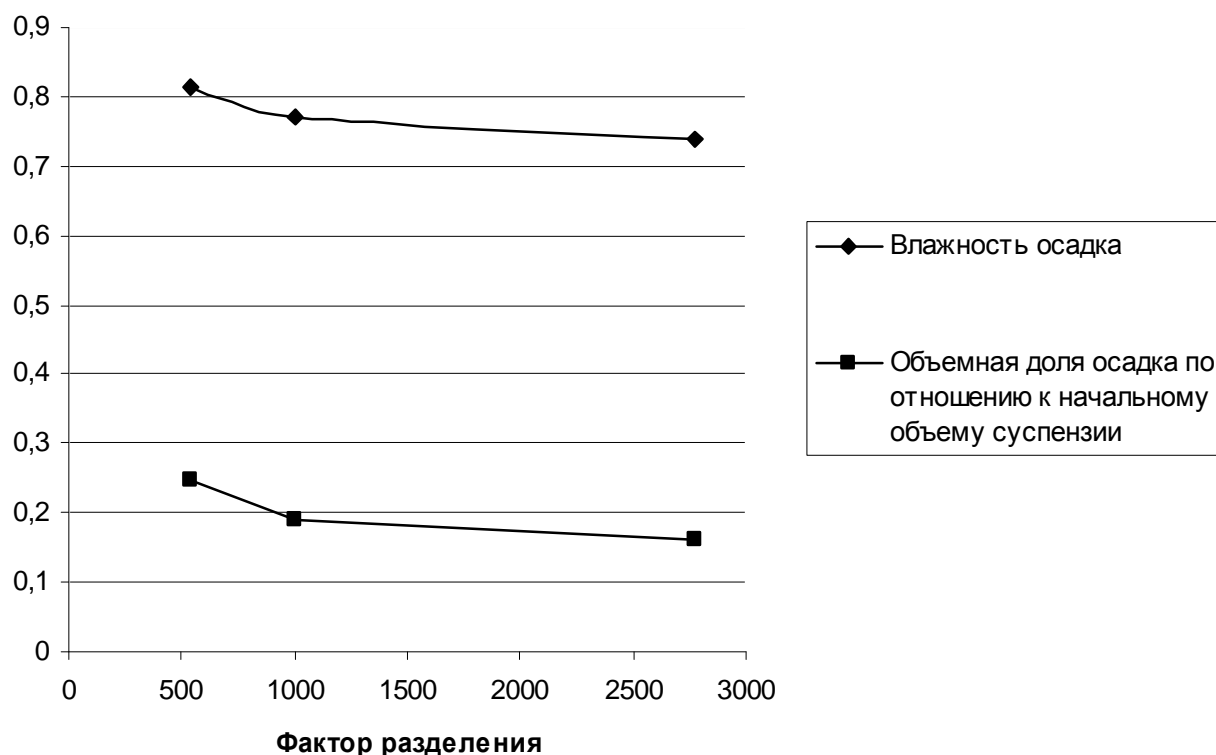


Рис. 4. Влияние интенсивности центробежного поля на осадок.

Получены нелинейные зависимости характерного для подобных случаев вида, показывающие, что с повышением фактора разделения объем осадка и, соответственно, его влажность уменьшаются. Но даже при отжиге на самых высоких оборотах осадок частично сохраняет текучесть. При встряхивании стакана осадок может выплескиваться из него напоподобие жидкости. Очевидно, что это обстоятельство не позволяет осуществлять устойчивую выгрузку осадка шнеком при имеющемся сочетании конструктивных параметров центрифуги.

Решение данной проблемы может быть найдено путем изменения конструктивных параметров ротора или путем воздействия на материал осадка направленного на упрочнение его структуры.

Последнее может быть реализовано путем использования так называемых вспомогательных веществ и методов физико-химической обработки.

Выбор вспомогательных веществ и физико-химической обработки.

На данном этапе исследовалась возможность и целесообразность использования различных способов воздействия на суспензию, облегчающих ее последующее разделение.

В качестве вспомогательных веществ для фильтрования наиболее часто используют диатомит, деревянную стружку, активированный уголь, измельченный кокс и т.п. Очевидно, вспомогательные вещества могут улучшить и структурно-механические свойства осадка центрифуги. Однако, как показал опыт, при дальнейшем обжиге зольный остаток данных веществ взаимодействует с оксидом титана, что приводит его окрашиванию в желтоватые или коричневатые оттенки. Поэтому данные вспомогательные использовать нецелесообразно.

Достаточно эффективным способом воздействия на суспензию оказалось термохимическое состаривание. В результате чего образуются мелкие хлопья гидроокиси и даже кристаллики окиси титана. Заметное воздействие начинается с приблизительно 80 °С. Перспективной могла бы стать обработка при температуре свыше 100 °С. В результате скорость осаждения возрастает приблизительно в 2 раза. Данный способ может быть экономически целесообразен при высоком уровне рекуперации энергии. Для определения возможности его проведения в непрерывном процессе требуются дополнительные исследования.

Термохимическое состаривание можно в принципе проводить и до суспендирования исходного материала, что означает сушку материала перед

приготовлением из него суспензии, но в условиях роста цен на энергоресурсы реализация этого подхода маловероятна.

Экспериментально подобран полимерный реагент, позволяющий нарушить устойчивость суспензии и преобразовать суспензию в легко разделяемую. Скорость расслаивания обработанной суспензии не менее чем в 10 раз превосходит скорость расслаивания необработанной суспензии. И, самое главное, осадок получает структурно-механические свойства, позволяющие производить его выгрузку шнеком осадительной центрифуги.

Доза реагента составляет 0,7 – 2,5 кг/т сухого вещества осадка.

Для разделения обработанной суспензии могут использоваться центрифуги типа ОГШ-460 производства НТЦ «Экомаш». Ориентировочно производительность центрифуги по суспензии составит не менее 15 м³/ч, с образованием осадка в количестве не менее 1 т/ч влажностью 70 – 75 % и прозрачного фугата.

Основным достоинством процесса разделения с использованием химобработки является принципиальная возможность промывки исходного продукта большим количеством воды от 10 и до по крайней мере 40 кг воды/кг исходного продукта (такие показатели будут экономически не целесообразными при использовании фильтров).

В отличие от деревянной стружки, кокса и других продуктов, образующих зольный остаток, который может взаимодействовать с оксидом титана при прокаливании, предлагаемый реагент имеет высокую чистоту и не образует зольного остатка.

Относительно небольшой расход и приемлемая цена (в пределах 25 – 30 грн/кг) позволяют предположить достаточную экономичность разделения суспензии оксида титана с применением реагентной обработки.

Учитывая опыт разделения подобных суспензий, на базе НТЦ «Экомаш» в настоящее время проводится подготовка испытаний центрифуги ОГШ-460 при разделении суспензии гидроокиси титана с дополнительной физико-химической обработкой

Общие выводы.

1. Для разделения суспензии гидроокиси титана может использоваться фильтрование. В различных опытах была получена толщина слоя осадка в пределах от 2 до 5 мм за время фильтрования 9 – 16 мин; при этом удельная производительность по фильтрату составляла 0,0168 – 0,0179 м³/м²/ч, по влажному осадку 13,4 – 43 кг/м²/ч, влажность осадка составляла

66,7 – 73,9 %. Суспензии были приготовлены путем добавления 4,5 – 13 кг воды на кг исходного материала и содержали 16 – 74 г/л твердой фазы.

2. Повышение движущей силы процесса фильтрования – разности давления приводит к существенному росту удельного сопротивления осадка. Поэтому разность давлений можно ограничить на уровне 0,6 – 0,8 кгс/см², что может быть достигнуто при использовании вакуум-фильтра.

3. Исходя из достигнутых удельных показателей, для разделения суспензии необходимо использовать фильтровальное оборудование с общей площадью не менее 60 м², например два барабанных вакуум фильтра по 30 м². Учитывая, что каждый вакуум-фильтр потребуется укомплектовать вакуум насосом с мощностью двигателя порядка 40 – 50 кВт и другим вспомогательным оборудованием, фильтровальное отделение может оказаться громоздким и трудоемким в обслуживании, что, не укладывается в концепцию разработки и создания мини-фабрики.

4. Экспериментально подобрана химическая обработка суспензии, позволяющая получать структурированный осадок гидроокиси титана. Обработанная суспензия может успешно разделяться в центрифуге в количестве не менее 15 м³/ч, с образованием осадка в количестве не менее 1 т/ч влажностью 70 – 75 % и прозрачного фугата. Учитывая достаточно большие преимущества использования центрифуги: простоту технологической схемы разделения суспензии, компактности оборудования, повышенной надежности центрифуги по отношению к фильтру, отсутствие необходимости в трудоемком обслуживании, малую дозировку реагента и умеренную его цену применение центрифуги может оказаться экономически целесообразным.

5. В настоящее время на базе НТЦ «Экомаш» проводится подготовка испытаний центрифуги ОГШ-460 при разделении суспензии гидроокиси титана с дополнительной физико-химической обработкой.

Список литературы: 1. Пономарьова Н.Г., Трошин О.Г. Моисеев В.Ф. Переробка сховищ стічних вод із застосуванням відстійних центрифуг зі шнековим вивантаженням осаду. // Вісник сумського державного університету. – № 5(89). – 2006. – С. 97 – 102. 2. Жужиков В.А. Фильтрование. – М.: Химия. –1971.

Поступила в редколлегию 15.04.08